

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-180876

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月7日

(51) Int.Cl.⁸
B 2 9 C 65/02
// B 2 9 K 77:00

識別記号

F I
B 2 9 C 65/02

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-349681

(22) 出願日 平成8年(1996)12月27日

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 寺田 幹

愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東

レ株式会社名古屋事業場内

(72) 発明者 三宅 直木

愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東

レ株式会社名古屋事業場内

(54) 【発明の名称】 樹脂溶着物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 形状が複雑であっても、成形可能で、かつ強度の高い成形品の提供。

【解決手段】 ポリアミド樹脂を主成分とする複数の樹脂成形品のうち少なくとも1個の樹脂成形品を熱処理し、次にその複数の樹脂成形品を加熱溶着することを特徴とするポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリアミド樹脂を主成分とする複数の樹脂成形品のうち少なくとも1個の樹脂成形品を熱処理し、次にその複数の樹脂成形品を加熱溶着することを特徴とするポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項2】 前記熱処理された成形品の98%硫酸に対する溶解成分の相対粘度(98%硫酸、1.0%溶液で測定)が3.0以上である請求項1に記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項3】 前記熱処理工程の前後において、硫酸に対する溶解成分の相対粘度(98%硫酸、1.0%溶液で測定)の差が0.5以上である請求項1又は2に記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項4】 前記熱処理を行なう温度が前記ポリアミド樹脂の融点を T_m (℃)とした場合、 $1/2 T_m$ (℃)より高くかつ $T_m - 10$ ℃より低い温度であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項5】 前記熱処理を行なう時間を t (時間)、処理温度を T (℃)とした時に、下記(1)式を満足する条件で熱処理することを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

$$t \geq 10(-0.0055T + 2.3) \quad \dots (1)$$

【請求項6】 前記熱処理を減圧状態で行うことを特徴とする請求項1～5いずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項7】 前記熱処理を減圧状態で行う際の圧力が、30kPa以下であることを特徴とする請求項6に記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項8】 前記熱処理を不活性ガス中で行うことを特徴とする請求項1～7のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項9】 加熱溶着方法が、振動溶着、スピン溶着、超音波溶着、高周波溶着、誘導加熱溶着、熱板溶着から選ばれる請求項1～8のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物およびその製造方法。

【請求項10】 ポリアミド樹脂を主成分とする樹脂成形品複数の加熱溶着するポリアミド樹脂溶着物の製造方法であって、前記樹脂成形品のうち少なくともひとつが、成形後熱処理されたものであることを特徴とするポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【請求項11】 前記熱処理された成形品の98%硫酸に対する溶解成分の相対粘度(98%硫酸、1.0%溶液で測定)が3.0以上である請求項10に記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリアミド樹脂溶着物の製造方法に係わり、特に、溶着部の接合強度が高く、信頼性の高いポリアミド樹脂溶着物の製造方法に関

するものである。

【0002】

【従来の技術】ポリアミド樹脂は、その優れた機械特性のため、構造部材、機能部品等の材料として広く用いられている。近年の産業の発達に伴い、構造部材、機能部品等の樹脂成形品に要求される形状は複雑化しており、中空体、管状体等のように、通常の射出成形のみでは形成できない形状を達成するために、複数のポリアミド樹脂成形品を射出成形した後に、それらを接合する方法が行われる。

【0003】従来のポリアミド樹脂同志の接合方法には、接着剤を用いる方法、ボルト等による機械的接合、加熱溶着する方法などが知られている。この中で、振動溶着、超音波溶着、スピン溶着、熱板溶着等の加熱溶着は、接着よりも高い接合強度が得られる上、ボルト等による機械的接合の様に、重量および工数の増加等の問題がないため、構造部材あるいは機能部品への応用に広く用いられている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従来からの接着剤によるポリアミド樹脂の接合方法では、構造部材あるいは機能部品への応用に対して、接合強度、耐久性などの点で十分に満足できるものはない。

【0005】また、ボルト等による機械的接合に関しては、部品点数、重量および工数の増加によるコストアップ、ねじ部のゆるみによる接合強度の低下等の問題がある。さらに、従来の加熱溶着する方法で接合されたポリアミド樹脂溶着物においては、使用部品、部位によっては、接合強度が充分ではなく、接合強度のばらつきが大きいため信頼性に欠けるなどの問題点があった。特に強度が要求される用途に対しては、ガラス繊維や炭素繊維等の繊維状強化材で補強したポリアミド樹脂を用いることが多いが、繊維状補強材で補強したポリアミド樹脂を加熱溶着した場合は、溶着面に対して垂直な荷重に対しては、補強効果が望めず所望の強度が得られない等の問題もあった。また、非強化ポリアミド樹脂の加熱接合部は、一般に母材と同等の強度が確保されるが、母材の強度自体が、強化材で補強したポリアミド樹脂と比較すると低く、設計上十分でない場合がある。

【0006】そこで、本発明の目的は、これらの問題を解決し、接合強度を向上させると共に、信頼性の高いポリアミド樹脂溶着物を提供することである。

【0007】なお、発明者らは、既に特願平8-73642号で高い相対粘度を有するポリアミド樹脂溶着物の製造方法を提案しているが、本発明では、さらに強度の高いものを提案するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、

(1)ポリアミド樹脂を主成分とする複数の樹脂成形品のうち少なくとも1個の樹脂成形品を熱処理し、次にそ

の複数の樹脂成形品を加熱溶着することを特徴とするポリアミド樹脂溶着物の製造方法、(2)ポリアミド樹脂を主成分とする樹脂成形品複数を加熱溶着するポリアミド樹脂溶着物の製造方法であって、前記樹脂成形品のうち少なくともひとつが、成形後熱処理されたものであることを特徴とするポリアミド樹脂溶着物の製造方法、

(3) 前記熱処理された成形品の98%硫酸に対する溶解成分の相対粘度(98%硫酸、1.0%溶液で測定)が3.0以上である前記いずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、(4) 前記熱処理工程の前後における、硫酸に対する溶解成分の相対粘度(98%硫酸、1.0%溶液で測定)の差が0.5以上である前記いずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、

(5) 前記熱処理を行なう温度が前記ポリアミド樹脂の融点を T_m (℃)とした場合、 $1/2T_m$ (℃)より高くかつ T_m-10 ℃より低い温度であることを特徴とする前記のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、(6) 前記の熱処理を行なう時間を t (時間)、処理温度を T (℃)とした時に、下記(I)式を満足する条件で熱処理することを特徴とする前記1~4のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、

$$t \geq 10(-0.0055T + 2.3) \quad \dots (I)$$

(7) 前記の熱処理を減圧状態で行うことを特徴とする前記いずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、(8) 前記熱処理を減圧状態で行う際の圧力が、30kPa以下であることを特徴とする前記に記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、(9) 前記熱処理を不活性ガス中で行うことを特徴とする前記のいずれかに記載のポリアミド樹脂溶着物の製造方法、および(10) 加熱溶着方法が、振動溶着、スピン溶着、超音波溶着、高周波溶着、誘導加熱溶着、熱板溶着から選ばれる前記いずれかに記載のポリアミド溶着物の製造方法からなる。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の成形品は、樹脂成分のうちポリアミド樹脂を主成分とし、樹脂成分において、ポリアミド樹脂を好ましくは50重量%以上、さらに80重量%以上含有する。ポリアミド樹脂は、アミノ酸、ラクタム、あるいはジアミンとを主たる構成成分とするポリアミドである。構成成分の具体例を挙げると、 ϵ -カプロラクタム、エナントラクタム、 ω -ラウロラクタム等のラクタム、 ϵ -アミノカプロン酸、11-アミノウンデカン酸、12-アミノドデカン酸等のアミノ酸、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ウンデカメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジアミン、5-メチルノナメチレンジアミン、 m -キシリレンジアミン、 p -キシリレンジアミン、1,3-ビスアミノメチルシクロヘキサン、1,4-ビスアミノメチルシクロヘキサン、ビス- p -アミノシクロヘキシルメタン、ビス- p -アミノシクロヘキシルアロパン、イソホ

ロンジアミン等のジアミン、アジピン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸、1,3-シクロヘキサジカルボン酸、テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、ダイマー酸等のジカルボン酸がある。これらの構成成分は単独あるいは2種以上の混合物の形で重合に供され、そうして得られるポリアミドホモポリマ、コポリマいずれも本発明で用いることができる。本発明で特に好ましく用いられるポリアミドは、ナイロン6、ナイロン66、ナイロン46、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン66/6T、そしてこれらの混合物である。また、成形品は、ガラス繊維、炭素繊維、チタン酸カリウスイスカ、酸化亜鉛ウスイスカ、硼酸アルミウスイスカ、アラミド繊維、アルミナ繊維、炭化珪素繊維、セラミック繊維、アスベスト繊維、石膏繊維、金属繊維等の繊維状強化材、ワラステナイト、ゼオライト、セリサイト、カオリン、マイカ、クレー、パイロフィライト、ベントナイト、アスベスト、タルク、アルミナシリケート等の珪酸塩、アルミナ、酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、酸化鉄等の金属化合物、炭化カルシウム炭酸マグネシウム、ドロマイト等の炭酸塩、硫酸カルシウム、硫酸バリウム等の硫酸塩、ガラスビーズ、セラミックビーズ、窒化ホウ素、炭化珪素およびシリカ等の非繊維状強化材、ポリアルキレンオキサイドオリゴマ系化合物、チオエーテル系化合物、エステル系化合物等の可塑剤、タルク、カオリン、有機リン化合物等の離型剤、酸化防止剤、熱安定剤、滑剤、紫外線防止剤、着色剤、難燃剤、発泡剤等の添加材を配合した樹脂組成物から成形して得ることができる。その樹脂組成物においては、繊維状強化材を10~60重量%含有していることが、本発明の方法による接着強度向上効果が顕著であることから好ましい。

【0010】成形方法は射出成形、ブロー成形など挙げられるが、これらに限定されるものではないが、本発明の効果が発揮されるのは、成形品の製造時の流動性が要求され、一方複雑な形状を製造できる射出成形法である。

【0011】本発明においては成形の後、熱処理を行う。熱処理を行うためには、減圧状態又は不活性ガス中で行うことが望ましい。減圧状態で行う際は、圧力が30kPa以下の減圧状態であることが好ましく、不活性ガス中で行う際は、不活性ガスとして窒素ガスまたはヘリウムガス、アルゴンガスを用いることが好ましい。また前記熱処理を行なう温度は、上記ポリアミド樹脂の融点を T_m (℃)とした場合、 $1/2T_m$ (℃)より高くかつ T_m-10 (℃)より低い温度で行なうことが好ましい。さらに、前記熱処理を行なう時間を t (時間)とし、処理温度を T (℃)とした時に、 t (時間) $\geq 10(-0.0055T + 2.3)$

の関係の条件で行うことが好ましい。

【0012】本発明においては、複数の樹脂成形品を加熱溶着する。そのうち少なくとも一つが熱処理されている成形品である。熱処理される前の成形品の98%硫酸可溶成分の相対粘度 η_r が1% (98%硫酸) 溶液で2以上3.0未満であることが好ましい。また熱処理された後の成形品の98%硫酸可溶成分の相対粘度 η_r が1% (98%硫酸) 溶液では3.0～5であることが好ましい。ここで相対粘度 η_r は、成形品に存在するポリアミド樹脂の分子量の程度を反映する。

【0013】また熱処理の前後において、その η_r の差は0.5以上であることが好ましい。また熱処理しないで溶着に使用される成形品があるときは、98%硫酸可溶成分の相対粘度 η_r が1% (98%硫酸) 溶液で2～5、好ましくは2～3の範囲が好ましい。さらに本発明の方法では、熱処理された成形品同士を加熱溶着するのが好ましい。

【0014】熱処理された成形品を用いて加熱溶着を行い、樹脂溶着物が得られる。加熱溶着方法は特に限定されないが、樹脂成形品の接合部分を加熱、溶融することにより溶着する方法であり、具体的には振動溶着、スピン溶着、超音波溶着、高周波溶着、誘導加熱溶着、熱板溶着等が挙げられる。

【0015】本発明におけるポリアミド樹脂溶着物の対象形状は特に限定されないが、2個あるいは3個以上の成形品を加熱溶着された後、実質的に中空形状あるいは管形状に対して特に有効である。

【0016】本発明におけるポリアミド樹脂溶着物の用途としては特に限定はないが、本発明で形状の複雑なものが得られること、および溶着面の強度から、各種ケースおよびハウジング類、各種ダクト等の自動車燃料系パイプ類、オイルリザーブタンク、燃料タンク等の自動車用タンク類、インテークマニホールド等の燃料系機能部品等に好ましい。

【0017】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を説明する。

【0018】<実施例1、2>実施例1としてガラス繊維30重量%強化ポリアミド6樹脂組成物（濃硫酸可溶成分の相対粘度 $\eta_r=2.4$ ）および実施例2としてガラス繊維30%強化ポリアミド66樹脂組成物（濃硫酸可溶成分の相対粘度 $\eta_r=2.4$ ）のそれぞれの樹脂を用いて、図1に示す形状の2個の成形品を射出成形によって形成した。その後、減圧状態で熱処理を実施した。具体的熱処理条件としては、圧力が10kMPaの以下の減圧状態とし、また熱処理を行った際は、上記ポリアミド樹脂のそれぞれの融点を T_m (°C) とした場合、 $1/2T_m$ (°C) より高くかつ T_m-10 (°C) より低い温度である190°Cの処理温度に保ちながら行った。本実施例の場合、処理時間は24時間とした。その後、図1に示す接合面1の部分に対して、別の成形品の振動溶

着を実施し、樹脂溶着物を得た。

【0019】溶着部位の強度向上の確認のために実施例1、2のそれぞれについて溶着強度測定を行った。この場合の溶着強度とは、溶着部の両側から引張荷重をかけた際の溶着部の剥離荷重をいう。

【0020】<比較例1、2>（熱処理しない方法）実施例と同様の樹脂を用いて、図1に示す形状の2個の成形品を射出成形によって得た後、熱処理を実施せずに、溶着を行い得たポリアミド樹脂溶着物の溶着部位の強度測定を実施した。

【0021】<比較例3、4>（溶着後に熱処理する方法）

実施例と同様の樹脂を用いて、図1に示す形状の2個の成形品を射出成形によって形成した。その後、図1に示す1の部分に接合面として振動溶着を実施し、樹脂溶着物を得た後、減圧状態で熱処理を実施した。具体的熱処理条件としては、圧力が10kMPaの以下の減圧状態とし、また熱処理を行った際は、上記ポリアミド樹脂のそれぞれの融点を T_m (°C) とした場合、 $1/2T_m$ (°C) より高くかつ T_m-10 (°C) より低い温度である190°Cの処理温度に保ちながら行った。また、処理時間は24時間とした。

【0022】また、98%硫酸の1.0%濃度試料溶液を用いて、溶着物の溶着部位からはなれた部分の相対粘度 η_r も測定した。

【0023】<条件>振動溶着条件、相対粘度 η_r 測定方法、および溶着部位の強度測定条件を以下に示す。

①振動溶着条件

使用試験機 : ブランソン社製 バイブレーションウエルダー2850

サンプル形状 : 図1参照（厚さ10mm）

振幅 : 1.5mm

加圧力 : 230kg

溶け代 : 1.5mm

②相対粘度 η_r 測定方法

方法 : JIS K 6810準拠

③強度測定条件

使用試験機 : オリエンテック社製 テンシロンUTN5T

試験速度 : 10mm/分

試験雰囲気 : 23°C、50%RH

測定結果を表1に示す。比較例との対比から明らかなように、実施例のポリアミド樹脂溶着物は、98%硫酸の1.0%濃度試料溶液で測定した相対粘度 η_r が3.0以上となって形成されておりその接合部においては、従来の振動溶着による場合と比較して、良好な溶着強度が得られた。

【0024】

【表1】

【表1】

実施例及び比較例	樹脂	熱処理	相対粘度	相対粘度差	強度 (N)
実施例1	PI076GF30%	溶着前に実施	3.1	0.7	9800
比較例1	PI076GF30%	なし	2.4	—	7000
比較例3	PI076GF30%	溶着後に実施	3.1	0.7	8300
実施例2	PI0766GF30%	溶着前に実施	3.4	0.7	9000
比較例2	PI0766GF30%	なし	2.7	—	6500
比較例3	PI0766GF30%	溶着後に実施	3.4	0.7	7600

【0025】＜実施例3＞ガラス繊維30%強化ポリアミド66樹脂（CM3001G30 濃硫酸可溶成分の相対粘度 $\eta_r=2.8$ 東レ株式会社製）を用いて、 $\phi 50\text{mm}$ （長さ10cm、肉厚3mm）の管形状を管の長手方向に2分割した形状（断面が半円弧）を有する成形品2個を、射出成形によって形成した後、真空中で熱処理を実施した。具体的熱処理条件としては、圧力が10kMPaの以下の減圧状態とし、処理温度は190℃、処理時間は24時間とした。その後中空形状を有するように振動溶着でそれぞれの成形品を接合し、一体の樹脂溶着物を得た。その結果、良好な溶着強度が得ら

れた。

【0026】

【発明の効果】本発明の方法によれば、その溶着部位の高強度が確保されるため、従来の加熱溶着による樹脂溶着物と比較して接合強度が高く、その結果信頼性が高い樹脂溶着物を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例で使用した試験片の平面図である。

【符号の説明】

1：振動溶着時の接合部

【図1】

